

Timbal merah untuk glasir

TIMBAL MERAH UNTUK GLASIR

1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi definisi, syarat mutu, cara pengambilan contoh, cara uji, syarat lulus uji, cara pengemasan dan syarat penandaan timbal merah untuk glasir.

2. DEFINISI

Timbal merah adalah padatan berbentuk bubuk berwarna merah, yang bagian terbesar adalah Pb_3O_4 , dipergunakan sebagai bahan glasir untuk pembakaran sampai PS. $\pm 1150^\circ C$.

3. SYARAT MUTU

Timbal merah untuk glasir harus memenuhi syarat mutu seperti tercantum pada Tabel.

Tabel
Persyaratan Mutu

No.	U R A I A N	P E R S Y A R A T A N (%)	
		Kelas I	Kelas II
1.	Kadar Pb_3O_4	min. 95	min. 90
2.	Kadar pengotor yang tak larut dalam larutan HNO_3 dan H_2O_2	mak. 0,2	mak. 0,5
3.	Kadar Fe_2O_3	mak. 0,3	mak. 0,4
4.	Kadar Al_2O_3	mak. 1,0	mak. 1,0
5.	Kadar oksida lainnya (CaO dan MgO)	mak. 3,0	mak. 7,5
6.	Kadar air	mak. 0,3	mak. 0,3
7.	Kadar pengotor yang larut dalam air	mak. 0,3	mak. 0,3
8.	Lołos ayakan 0,06 m m	min. 99	min. 99

4. CARA PENGAMBILAN CONTOH

Cara pengambilan contoh sesuai SII. 0426 - 81, Petunjuk Pengambilan Contoh Padatan, butir 4.

Jumlah contoh yang diperlukan untuk pengujian 200 g.

5. CARA UJI

5.1. Penyiapan Contoh

5.1.1. Untuk penetapan kadar air dipakai contoh asli.

5.1.2. Untuk penetapan kadar lolos ayakan 0,06 mm, contoh harus dikeringkan dulu pada suhu 105 - 110 °C selama 2 jam.

5.1.3. Untuk penetapan kadar Pb_3O_4 , kadar pengotor yang tidak larut dalam larutan HNO_3 dan H_2O_2 , Fe_2O_3 , Al_2O_3 , kadar oksida lainnya (CaO dan MgO) dan kadar pengotor yang larut dalam air, dipakai contoh yang lolos ayakan 0,06 mm dan dikeringkan pada suhu 105 - 110 °C.

5.2. Penetapan Kadar Pb_3O_4

5.2.1. Peralatan

- Neraca analitis
- Botol timbang
- Erlenmeyer 300 ml
- Gelas ukur 50 ml
- Pipet 50 ml
- Buret 50 ml dan labu ukur 250 ml.

5.2.2. Pereaksi

- Larutan HNO_3 2N
- Larutan $(COOH)_2$ 0,2 N
- Larutan $KMnO_4$ 0,2 N

5.2.3. Prosedur

- Timbang $\pm 0,25$ g contoh (W g), masukkan ke dalam Erlenmeyer.

- Tambahkan 10 - 20 ml HNO_3 2N dan panaskan sampai mendidih.
- Tambahkan 50 ml $(\text{COOH})_2$ 0,2N (dengan pipet), kemudian panaskan.
- Titar dengan KMnO_4 0,2N sampai warna larutan menjadi merah jambu muda (t ml).
- Lakukan pengerjaan blangko (b ml).

Perhitungan :

$$\text{Kadar Pb}_3\text{O}_4 = \frac{(b-t) \times N \times 119,6 \times 2,8662}{1000.W} \times 100 \%$$

Dimana :

N = titar KMnO_4

5.3. Penetapan Kadar Pengotor Yang Tak Larut dalam $\text{HNO}_3\text{H}_2\text{O}_2$

5.3.1. Peralatan

- Neraca analitis
- Gelas piala 250 ml
- Batang pengaduk gelas
- Gelas ukur 25 ml
- Kaca arloji $\varnothing \pm 10$ cm
- Almari pengering
- Cawan penyaring kaca masir No. G 4
- Eksikator

5.3.2. Pereaksi

- Larutan HNO_3 1 : 4
- Larutan H_2O_2 30 %

5.3.3. Prosedur

- Timbang ± 1 g contoh, masukkan ke dalam gelas piala 250 ml.
- Tambahkan 10 ml HNO_3 1 : 4 dan 20 ml H_2O_2 30 %, sehingga sebagian besar contoh melarut.
- Saring ke dalam cawan penyaring kaca masir No. G4 yang telah diketahui bobotnya dan cuci dengan air hangat sampai bersih.

- Cawan dan sisa saringan dikeringkan pada suhu 105-110 °C selama 2 jam, dinginkan dan timbang.
- Filtrat dimasukkan ke dalam labu ukur 250 ml, ditepatkan sampai tanda garis dengan air dan digunakan untuk penetapan Fe_2O_3 dan untuk membuat larutan persediaan pada penetapan Al_2O_3 dan oksida lainnya (larutan I).

Perhitungan :

$$\text{Kadar pengotor yang tak larut dalam HNO}_3\text{H}_2\text{O}_2 = \frac{A}{B} \times 100$$

Dimana :

A = Bobot sisa saringan (g)

B = Bobot contoh (g)

5.4. Penetapan Kadar Fe_2O_3

5.4.1. Peralatan

- Gelas piala 100 ml
- Kolorimeter fotolistrik dengan perlengkapannya

5.4.2. Pereaksi

- Larutan HNO_3 0,1N
- Larutan KCNS 0,1N

5.4.3. Prosedur

- 5 ml larutan I dipipet ke dalam gelas piala
- Tambahkan 5 ml HNO_3 0,1N dan 5 ml KCNS 0,1N (dengan pipet)
- Aduk larutan sampai rata
- Periksa transmitansi (T) larutan dengan kolorimeter fotolistrik (memakai filter λ 470 nm).
- Lakukan pengukuran T dari deret larutan baku dengan cara yang sama
- Buat kurva baku A vs ppm dari deret larutan baku, dimana $A = -\log T$.

- Alurkan (plot) A dari larutan contoh ke dalam kurva larutan baku, misal konsentrasi larutan contoh C_x

Perhitungan :

$$\text{Kadar Fe}_2\text{O}_3 = \frac{d \times C_x}{1000 \text{ mg contoh}} \times 100 \%$$

Dimana :

d = pengenceran

5.5. Membuat Larutan Persediaan untuk Penetapan Kadar Al_2O_3 dan Kadar Oksida Lainnya (CaO dan MgO)

5.5.1. Peralatan

- Pipet 50 ml
- Gelas piala 250 ml
- Gelas ukur 50 ml
- Batang pengaduk gelas
- Kaca arloji $\varnothing \pm 10 \text{ cm}$

5.5.2. Pereaksi

- Larutan CH_3COOH 4N
- Larutan H_2SO_4 4N
- Larutan $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 96 %
- Larutan $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 1 : 1

5.5.3. Prosedur

- Pipet 50 ml larutan I ke dalam gelas piala 250 ml
- Tambahkan 10 ml CH_3COOH 4N, kemudian dididihkan
- Tambahkan setetes demi setetes H_2SO_4 4N sampai tidak timbul endapan lagi
- Setelah dingin tambahkan 50 ml $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 96 %
- Keesokan harinya saring dan cuci endapan dengan 25 ml $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 1 : 1
- Filtrat dimasukkan ke dalam sebuah labu ukur dan ditepatkan dengan air sampai tanda garis (larutan II) dan digunakan untuk penetapan kadar Al_2O_3 dan kadar oksida lainnya (CaO dan MgO).

5.6. Penetapan Kadar Al_2O_3

Kadar Al_2O_3 diuji sesuai SII. 1691 - 85, Cara Uji Analisa Kimia Gips, butir 3.5. dimana ion timbalnya sudah dipisahkan terlebih dahulu dengan cara pengendapan dengan H_2SO_4 .

5.7. Penetapan Kadar Oksida Lainnya (CaO dan MgO)

Kadar oksida lainnya (CaO dan MgO) diuji sesuai SII. 1691-85, butir 3.7.

5.8. Penetapan Kadar Air

Kadar air diuji sesuai SII. 1914 - 86, Krom Oksida untuk Perwarna Keramik, butir 5.5.

5.9. Penetapan Kadar Pengotor Yang Larut dalam Air

Kadar pengotor yang larut dalam air diuji sesuai SII. 1914-86, butir 5.6.

5.10. Penetapan Kadar Lolos Ayakan 0,06 mm

Kadar lolos ayakan 0,06 mm diuji sesuai SII. 1914 - 86, butir 5.8.

6. SYARAT LULUS UJI

6.1. Timbal merah untuk glasir dinyatakan lulus uji, bila hasil uji sesuai dengan syarat mutu yang telah ditetapkan dalam standar ini.

6.2. Bila hasil uji tidak memenuhi syarat, maka harus dilakukan uji ulang.

6.3. Bila salah satu unsur persyaratan yang menyangkut uji kimia (No. 1 sampai dengan 5 dalam Tabel syarat mutu) tidak terpenuhi, harus dilakukan uji ulang untuk semua jenis uji kimia tersebut.

6.4. Bila dalam hasil uji ulang dari contoh yang sama memenuhi syarat, maka tanding dinyatakan lulus.

7. CARA PENGEMASAN

Timbal merah untuk glasir dikemas dalam kemasan yang tidak bereaksi dengan isi, tertutup rapat dan cukup aman dalam penyimpanan maupun pengangkutan.

Berat bersih setiap kemasan : 50 kg.

8. SYARAT PENANDAAN

Pada setiap kemasan harus diberi label yang mencantumkan nama bahan, kadar Pb_3O_4 , kelas, berat bersih dan simbol/nama perusahaan.

